

POLYESTER FILM FOR MAGNETIC RECORDING MEDIUM

Patent Number: JP 10-275324
Publication date: 1998-10-13
Inventor(s): TANAKA, Hiroyuki, et al
Applicant(s): TORAY IND INC.
Application Number: JP 1997 0346558 1997 12 16

Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a film roll having a good winding style even if a film is taken up at a high speed by forming the surface average roughness at a specific cut-off value on a surface provided with a magnetic layer, surface waving index and the number of coarse projections to specific values.

SOLUTION: The film consisting essentially of polyester is so formed that cut-off value of the surface provided with at least the magnetic layer is 0.08 and at this time the surface average roughness Ra is ≤ 15 nm, the surface waving index is ≥ 2.0 to ≤ 20 and the number of the coarse projections of a height above 500 nm is ≤ 10 per 1 mm², by which the polyester film for magnetic recording media is obtained. The roughness and surface waving of the film are confined within the prescribed ranges and the coarse projections are decreased as far as possible in such a manner, by which the polyester film having the output characteristics, traveling property and winding style necessary for the base film of the magnetic recording media of a digital recording type, etc., is obtained.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-275324

(43) 公開日 平成10年(1998)10月13日

(51) Int.Cl.⁵

識別記号

F I

G 1 1 B 5/704

G 1 1 B 5/704

B 2 9 C 55/12

B 2 9 C 55/12

B 3 2 B 27/36

B 3 2 B 27/36

C 0 8 J 5/18

C F D

C 0 8 J 5/18

C F D

// B 2 9 K 67:00

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平9-346558

(22) 出願日 平成9年(1997)12月16日

(31) 優先権主張番号 特願平9-13785

(32) 優先日 平9(1997)1月28日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000003159

東レ株式会社

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

(72) 発明者 田中 裕之

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 岡本 克哉

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(72) 発明者 三宅 徹

滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内

(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体用ポリエステルフィルム

(57) 【要約】

【構成】 ポリエステルを主成分とするフィルムであつて、少なくとも磁性層が設けられる面のかつ値が0.08における表面平均粗さRaが10nm以下であり、かつ表面ウネリ指数が2.0以上20以下であり、かつ500nm以上の高さの粗大突起数が1mm²あたり10個以下であることを特徴とするメタル塗布型磁気媒体用ポリエステルフィルム。

【効果】 本発明は、フィルム表面の粗さ、表面ウネリを所定の範囲におさめ、粗大突起を極力低減したので、デジタル記録型の磁気記録媒体などの支持体フィルムに必要な出力特性、走行性、巻姿を合わせ持ったポリエステルフィルムが完成できた。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 ポリエステルを主成分とするフィルムであって、少なくとも磁性層が設けられる面のカットオフ値が0.08における表面平均粗さRaが15nm以下であり、かつ表面ウネリ指数が2.0以上20以下であり、かつ500nm以上の高さの粗大突起数が1mm²あたり10個以下であることを特徴とする磁気媒体用ポリエステルフィルム。

【請求項2】 ポリエステルを主成分とするフィルムであって、少なくとも磁性層が設けられる面のカットオフ値が0.08における表面平均粗さRaが5nm以下であり、かつ表面ウネリ指数が2.0以上15以下であり、かつ200nm以上の高さの粗大突起数が1mm²あたり5個以下であることを特徴とするデジタル記録型磁気媒体用ポリエステルフィルム。

【請求項3】 平均粒子径0.3μm以下の不活性粒子のフィルム全体に対する含有量が1重量%以下であり、タテ延伸または横延伸において延伸速度4500%/分以上、延伸温度110℃以上130℃以下で延伸されたことを特徴とする請求項1又は2に記載の磁気媒体用ポリエステルフィルム。

【請求項4】 少なくとも片面に共押出により積層されてなり、積層部の厚さが0.05〜3μmの範囲である積層部を有することを特徴とする請求項1〜3のいずれかに記載の磁気媒体用ポリエステルフィルム。

【請求項5】 該フィルムの積層部の表面突起の80%以上がポリエステルの結晶または内部粒子によって形成されていることを特徴とする請求項1〜4のいずれかに記載の磁気媒体用ポリエステルフィルム。

【請求項6】 該フィルム表面の最大高さRtとRaの比、Rt/Raが両面とも10以下であることを特徴とする請求項1〜5のいずれかに記載のメタル塗布型磁気媒体用ポリエステルフィルム。

【請求項7】 ポリエステルが、エチレンテレフタレートを経り返し単位として85モル%以上含有することを特徴とする請求項1〜6のいずれかに記載のメタル塗布型磁気媒体用ポリエステルフィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明はメタル塗布型磁気媒体、すなわち、酸化物ではないメタル磁性粉をバインダーとともに塗布した磁気記録媒体の支持体に使用されるポリエステルフィルムに関するものである。

【0002】

【従来の技術】メタル塗布型磁気媒体用ポリエステルフィルムとしては、磁性面側に使用する面と反対側の表面の突起個数と粒子個数を限定した平滑なフィルムが知られている（例えば、特開平6-325349号公報など）。また、メタル塗布型磁気媒体のような高密度記録用に用いる支持体フィルムとしては、片方の面が平滑

で、反対面がそれよりもかなり大きくした共押出複合フィルムも知られている（例えば特開昭60-202530号公報など）。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記従来の平滑なフィルムは、最近の製品幅の拡大、スリット速度の増大にともないスリットした時にシワが入りロールの巻姿が悪化するという問題、および、磁性層の塗布工程の速度増大にともない磁性面側のフィルム表面がダイコータに接触した時などに削れて粉が発生するという問題が最近顕在化してきている。

【0004】本発明は上記の問題点を解決し、高速で巻き取っても巻姿が良好なフィルムロールが得られ（以下巻姿良好という）、かつ、磁性層を高速で塗布しても表面が削れない（以下耐削れ性良好という）、さらにカセットテープとした際の走行性に優れるフィルムを提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明は、ポリエステルを主成分とするフィルムであって、少なくとも磁性層が設けられる面のカットオフ値が0.08における表面平均粗さRaが15nm以下であり、かつ表面ウネリ指数が2.0以上20以下であり、かつ500nm以上の高さの粗大突起数が1mm²あたり10個以下であることを特徴とするデジタル型磁気記録媒体などの磁気媒体用ポリエステルフィルムとしたものである。

【0006】高密度記録の磁気記録媒体用ベースフィルムの場合、電磁変換特性を高めるために、上記したようにその表面を極力平滑にすることが要求されてきた。しかし、フィルム表面を平滑にすればするほど、巻取りなどのハンドリング性、磁気テープにしたときの走行性に問題を生じる。そこで細かい凹凸をフィルム表面に設ける努力がなされてきた。従来のアナログ記録媒体用のベースフィルムの表面の場合、波長の長いウネリは電磁変換特性を低下させるため、できる限りこれを低減することが望ましかった。しかし、現在のデジタル記録型ビデオのような、記録波長が0.5μm以下という短波長記録の場合、フィルム表面にウネリが存在しても、表面の状態が上記の範囲であれば、ウネリ成分が電磁変換特性を低下させず、かえって巻取りなどのハンドリング性、磁気テープにしたときの走行性を向上させる効果のあることが分かってきた。

【0007】

【発明の実施の形態】本発明を構成するポリエステルは特に限定されないが、エチレンテレフタレート、エチレン2,6-ナフタレート、エチレンα,β-ビス（2-クロロフェノキシ）エタン-4,4'-ジカルボキシレート単位から選ばれた少なくとも一種の構造単位を主要構成成分とする場合に耐削れ性、巻姿、メタル塗布型磁気媒体としての出力特性がより一層良好となるので望ま

しい。また、本発明の積層部に用いるポリエステルは、そのエステル交換や重合時に、触媒・熱安定剤として、酢酸マグネシウム、フェニル環を含有するリン化合物、酸化ゲルマニウムを存在させると、本発明の表面形態が得られやすいので望ましい。特に、エチレンテレフタレートを経り単位に85モル%以上含有するポリエステルの場合に耐削れ性、巻姿、メタル塗布型磁気媒体としての出力特性がより一層良好となるので望ましい。

【0008】本発明フィルムは上記組成物を主要成分とするが、本発明の目的を阻害しない範囲内で、他種ポリマをブレンドしてもよいし、また酸化防止剤、熱安定剤、滑剤、紫外線吸収剤、帯電防止剤の添加剤が添加されていてもよい。

【0009】また、本発明の積層部に用いるポリエステルは、柔軟可動成分を少量添加もしくは共重合することは本発明の表面を得るのに有効である。ここで可動成分とは、長い柔軟鎖を主鎖にもち、ポリエステルと親和性の高いもしくは共重合可能な成分をいい、例えば長鎖脂肪族のジカルボン酸、長鎖脂肪族のジオール、ポリアルキレングリコールなどをいい、特にポリエチレングリコール、ヘキサメチレングリコールなどのポリアルキレングリコールを用いることが有効である。中でも特に、数平均分子量が1000～50000、好ましくは2000～40000、さらに好ましくは3000～30000のポリエチレングリコールを、ポリエステルに対して0.01～10重量%、好ましくは0.1～8重量%、さらに好ましくは1～5重量%の範囲で用いることが望ましい。

【0010】本発明フィルムは、両面に積層された積層部における粒子の含有量が0.5重量%以下、好ましくは、0.4重量%以下、さらに好ましくは0.3重量%以下である。粒子の含有量が上記の範囲より多いと、耐削れ性が不良となる可能性があるため好ましくない。

【0011】また本発明フィルムは、少なくとも磁性層を設ける側の表面平均粗さ R_a が15nm以下であることが必要であり、特に記録密度の高い磁気記録媒体用としては5nm以下であることが好ましく、より好ましくは3nm以下、さらには2nm以下であることが好ましい。 R_a が上記の値よりも大きいと磁気記録媒体としたときの電磁変換特性の低下を招く可能性が高くなる。

【0012】本発明フィルムは、表面ウネリ指数が2.0以上20以下、好ましくは2.0以上15以下、さらに好ましくは3.0以上10以下であることが必要である。ウネリ指数が2.0より小さいと、巻姿、テープとしたときの走行性が劣化しやすい。また、本発明フィルムは500nm以上の高さの粗大突起数が1mm²あたり10個以下であることが必要であり、特に高い電磁変換特性を要求される用途においては200nm以上の高さの粗大突起数が1mm²あたり5個以下であることが好ましい。この範囲を越えると、ドロップアウトの増

加、電磁変換特性の低下が生じやすい。

【0013】本発明におけるフィルムの層構成は特に限定されず、単層であっても積層フィルムであっても良いが、磁性層を設ける側の面が0.05μm以上2μm以下の薄膜積層であることが、 R_a やウネリ指数を上記範囲に治めるために好ましい。

【0014】また、本発明フィルムは2枚のフィルムを重ねて測定される層間空気流動時間が8000秒以下、好ましくは6000秒以下、さらに好ましくは5000秒以下であるとメタル塗布型磁性層を塗布したテープにフィルムの塗布側面が下地効果によって、また、反対面が裏写り効果によって磁性面に影響し、緻密な構造を有する磁性層表面が形成され、メタル塗布型磁気媒体としての高出力が達成しやすく、磁性層表面の耐久性も向上しやすくなるので望ましい。

【0015】また、本発明フィルムは、両面に共押出で積層されるポリエステルの結晶化指数 ΔT_{cg} が10～60℃、好ましくは20～50℃の範囲の場合に、本発明の表面形態が得やすく、また、耐削れ性も一層良好となるので望ましい。

【0016】また、本発明フィルムは、両面ともに、表面の突起の80%以上、好ましくは、90%以上が、ポリエステルの結晶によって形成されている場合に、耐削れ性が一層良好となるので望ましい。

【0017】最近のデジタル記録では記録波長が0.5μm以下と短く、このために塗布型磁気記録媒体の磁性層の厚みが小さくなっている。従って、ベースフィルムの表面形状が下地効果によって磁性層表面に影響しやすい。このような場合にフィルム表面を緻密でありかつ粗大突起が少ない表面とするとヘッドと磁性層表面との間のスペーシングロス小さくするとともに、摩擦係数を低減できるので、高出力が得られ、かつエラーレートを低減できる。

【0018】デジタル方式のテープレコーダには、固定ヘッドがなく回転ヘッドで記録再生するものと、固定ヘッドのみで記録再生するものがある。前者の例としてはデジタルデータストレージ(DDS)、デジタルビデオカセット(DVC)ベータカムSXなどがあり、後者の例としては、デジタルリニアテープ(DLT)などが挙げられる。デジタル用に用いられるベースフィルムに対する要求特性として、粗大突起が少ないことがある。500nm以上の粗大突起が1mm²当たり10個以下であることが好ましく、さらには200nm以上の高さの粗大突起は1mm²あたり5個以下が望ましい。こうした粗大突起をより低減するため、フィルム製膜時の押出機に用いるフィルターは、好ましくは3μmカット以下のもの、さらに好ましくは1μmカット以下のものを用いる。

【0019】また、固定ヘッドで記録再生するものについては長手方向に剛性の高いフィルムが好ましいが、回

転ヘッドの場合はヘッドタッチの観点から幅方向に剛性の高いフィルムが好ましい。

【0020】また、本発明フィルムは両面ともに、表面の最大高さ R_t と R_a の比、 R_t/R_a が10以下である場合に、巻姿、耐削れ性、メタル塗布型テープとしての高出力、磁性面耐久性が一層良好となるので望ましい。

【0021】また、本発明フィルムは、二軸配向せしめたフィルムであるが、縦方向のヤング率が5.5GPa以上、特に、6.0GPaである場合に、巻姿、耐削れ性、メタル塗布型テープとしての高出力、磁性面耐久性が一層良好となるので望ましい。

【0022】また、本発明フィルムは、全厚さが3~15 μ m、さらに4~12 μ mの範囲である場合に、巻姿、耐削れ性、メタル塗布型テープとしての高出力、磁性面耐久性が一層良好となり、また、テープの長時間化にも対応しやすいので望ましい。

【0023】また、本発明フィルムは、必要に応じて、その少なくとも片面に、接着性向上、帯電防止性付与などの目的で、製膜工程終了後、あるいは、製膜工程内で塗布層を設けてもよい。

【0024】次に本発明フィルムの製造方法について説明する。

【0025】まず積層部の原料であるが、望ましい範囲の結晶化指数のポリエステルAを得るには、エステル交換、重合時に、酢酸リチウム、酢酸マグネシウム、酢酸カリウム、亜リン酸、ホスホン酸、ホスフィン酸あるいはそれらの誘導体、酸化ゲルマニウムを存在させることが有効である。特に望ましい組み合わせは、酢酸マグネシウムとホスホン酸（またはその誘導体）および酸化ゲルマニウムであり、ホスホン酸（またはその誘導体）の望ましい例として、フェニルホスホン酸、ジメチルフェニルホスホネートなどが挙げられるがこれらに限定されるものではなく、通常公知の方法で製造されたポリエステルにステアリン酸バリウムなどの結晶化促進剤を添加して、望ましい範囲の結晶化指数としてもよい。

【0026】このポリエステルAを公知の方法で製造されたポリエステルBの両面に積層する。その方法は、ポリエステルのペレットを、乾燥したのち、公知の溶融押出機1に供給し、公知の方法で製造した、Aよりも結晶化指数が10℃以上大きいポリエステルBのペレットを、乾燥した後、押出機2に供給し、3層のマニホールまたは合流ブロックを用いて、ポリエステルAをポリエステルBの両面に積層し、スリット状の口金から、A/B/A構成の3層のシートを押し出し、キャストイングロールで冷却して未延伸フィルムを作る。この場合、合流断面が矩形の合流ブロックを用いて積層する方法が、常に安定して、本発明の表面形態を得るのに有効である。

【0027】次に、この未延伸フィルムを熱処理する。

熱処理の方法は特に限定されるものではないが、縦延伸前、あるいは、1.01~2倍の範囲で微延伸を行なった後に、テフロンまたはシリコンなどの非粘着材質からなるロールを用いて行なうのが本発明の表面を得るのに有効であり、またこの時、少なくとも2本以上、好ましくは3本以上の上記ロールを用いて、2~5%の伸びを付与しつつ熱処理するのが、両面ともに R_a を本発明範囲にし、表裏の R_a の差を望ましい範囲とするのにきわめて有効である。熱処理温度、時間はフィルムの表面温度が120~230℃、好ましくは、130~220℃、さらに好ましくは、140~220℃で、0.1~10秒、好ましくは0.2~8秒間処理するのが本発明範囲の表面を得、また、表裏の R_a の差を望ましい範囲とするのにきわめて有効である。

【0028】次に、この熱処理されたフィルムを、二軸延伸し、二軸配向せしめる。延伸方法としては、逐次二軸延伸法または同時二軸延伸法を用いることができる。ただし、最初に長手（縦）方向の延伸を数回に分けて行い、そのうちの何回かは延伸ロールの温度を110℃以上にし、最終的な延伸倍率を5倍以上とすることが望ましい。幅（横）方向の延伸についてもフィルム破れを生じない程度にできる限り高温（ポリエチレンテレフタレートフィルムの場合105℃以上）で3.5倍以上延伸を行う方法が、本発明範囲の表面を得るのにきわめて有効である。

【0029】長手方向の延伸はロールの周速差を利用して行ない、延伸倍率は3~5倍、延伸速度は10000~50000%/分の範囲が有効である。

【0030】次に、幅方向の延伸はステンタを用いる方法が一般的であり、延伸速度は、1000~20000%/分が好適である。この時、ステンタ内で延伸した後、原長に対し、2~10%、好ましくは3~8%弛緩させつつ、150~200℃、特に160~190℃、時間は0.5~60秒の範囲で熱処理するのが、本発明範囲の表面を得、また、表裏の R_a の差を望ましい範囲とするのにきわめて有効である。

【0031】また、二軸延伸されたフィルムを、さらに長手方向に上記の熱処理温度よりも高い温度で、1.3~2倍延伸し、さらにそれより高い温度で熱処理することが、本発明範囲の表面を得、また、表裏の R_a の差を望ましい範囲とするのにきわめて有効である。

【0032】

【物性の測定方法ならびに効果の評価方法】本発明の特性値の測定方法並びに効果の評価方法は次の通りである。

【0033】(1) 平均表面粗さ R_a 、最大高さ R_t 、突起間隔 S_m

小坂研究所製の高精度薄膜段差測定器ET-10を用いて、平均表面粗さ R_a 、最大高さ R_t （ピーク~バレー）、突起間隔 S_m を測定した。条件は下記のとおりで

あり、20回の測定の前平均値をもつて値とした。

【0034】

- ・触針先端半径：0.5 μm
- ・触針荷重：5mg
- ・測定長：1mm
- ・カットオフ値：0.08mm

なお、Ra、Sm、Rtなどの定義は、たとえば、奈良治郎著「表面粗さの測定・評価法」（総合技術センター、1983）に示されているものである。

【0035】（2）ウネリ指数

上記Raの測定を、同一サンプルに対して、カットオフ値0.08mmの他に、0.008mm、0.25mmに設定して行う。このとき、各測定値の値を横軸（対数目盛）にカットオフ値、縦軸にRaの値を取ってプロットし、最小二乗法で直線の傾きを求める。この傾きの値をウネリ指数とした。

【0036】（3）粒子含有量

ポリエステルは溶解し粒子は溶解させない溶媒を選択し、粒子をポリエステルから遠心分離し、粒子の重量百分率を求めた。積層部の粒子含有量は、積層部のみを剥離、または削り取ることによって分離して上記の方法で求めてもよいし、また、断面のX線マイクロアナライザーや顕微赤外分光法で粒子の種類を同定し、その粒子を用いた各手法での検出強度と粒子濃度の検量線からその濃度を求めることもできる。さらには、二次イオン質量分析計（SIMS）を用い、各元素について濃度既知の標準試料の二次イオン強度に対する濃度未知試料の二次イオン強度を測定することにより求めることができる。

【0037】（4）粒子の平均粒径

フィルム断面を透過型電子顕微鏡（TEM）を用い、10万倍以上の倍率で観察する。TEMの切片厚さは約100nmとし、場所を変えて100視野以上測定する。粒子の平均径は数平均径から求める。また凝集粒子の一次粒径は、凝集粒子の分割できない粒子最小単位についての数平均径、凝集二次粒径は凝集体についての数平均径である。

【0038】（5）積層部の厚さ

透過型電子顕微鏡等の電子顕微鏡で、フィルムの断面を観察し、そのコントラストの差から界面を認識し積層厚さを求める方法が一般的であるが、これに限定されることはなく、積層部分を剥離後、薄膜段差測定機を用いて積層厚さを求めることもできる。

【0039】（6）ヤング率

JIS-Z-1702に規定された方法にしたがって、インストロンタイプの引っ張り試験機を用いて、25℃、65%RHにて測定した。

【0040】（7）結晶化指数 ΔT_{cg}

パーキンエルマー社製のDSC（示差走査熱量計）II型を用いて測定した。DSCの測定条件は次の通りである。すなわち、試料10mgをDSC装置にセットし、

300℃の温度で5分間溶融した後、液体窒素中に急冷する。この急冷試料を10℃/分で昇温し、ガラス転移点 T_g を検知する。さらに昇温を続け、ガラス状態からの結晶化発熱ピーク温度をもって冷結晶化温度 T_{cc} とした。さらに昇温を続け、融解ピークから融解熱を求めた。ここで T_{cc} と T_g の差（ $T_{cc}-T_g$ ）を結晶化パラメータ ΔT_{cg} と定義する。

【0041】（8）耐削れ性

フィルムを8mm幅にテープ状にスリットしたものに、片刃（カミソリ）を垂直に押しあて、さらに0.5mm押し込んだ状態でフィルムを200mm長走行させる（走行速度：500m/分、走行張力：100g）。この時片刃の先に付着したフィルム表面の削れ物の高さを顕微鏡で読み取り削れ量とした。両面について、この削れ量が50 μm 未満の場合は耐削れ性：優、50 μm 以上100 μm 未満の場合は耐削れ性：良、100 μm を超える場合は不良と判定した。この値は、塗布工程のダイコートなどでの磁性面側の削れによって、工程上、製品性能上のトラブルとなるか否かに対応しており、不良のもの使用不可である。

【0042】（9）巻姿

製膜後のフィルムを1500mm幅にスリットし、6インチのコアに巻き取る。スリット速度は500m/分、巻長さは10000mとした。このロールを、25℃、65%RHの雰囲気中で72時間放置した後、以下の基準で巻姿を判定した。

【0043】・ロール表層に縦シワがあるか、または、巻芯部に横シワあり：×

・巻芯部に弱い横シワあり：△

・ロール表層にも巻芯部にもシワなし：○

○が望ましいが、△でも実用上は使用可能である。

【0044】（10）粗大突起数

小坂研究所製3次元表面粗さ計HK-30を用い、負荷曲線において70%の値をしめる高さのレベルを基準（ゼロ）とし、500nm以上および200nm以上の高さの突起数を下記条件で測定した。

【0045】触針径：2 μm

触針スピード：0.040mm/秒

測定面積：0.1mm²

カットオフ：0.08mm

この測定を100回繰返し、1mm²あたりの粗大突起数を求めた。

【0046】（11）出力特性

フィルムの表面に、下記組成の磁性塗料および非磁性塗料をエクストルージョンコーターにより重層塗布（上訴王は磁性塗料で塗布厚0.1 μm 、非磁性下層の厚みは適宜変化させた）し、磁性配向させ、乾燥させる。次いで反対面に下記組成のバックコート層を公知の手段で形成させた後、小型テストカレンダー装置（スチール/スチール、5段）で温度：85℃、線圧：200kg/cm

でカレンダー処理した後、60℃、48時間キュアリングする。上記テープ原反を6.35mm幅にスリットし、パンケーキを作成した。ついで、このパンケーキから長さ100m分を、DVCカセットにテープをローデ

(磁性塗料の組成)

・強磁性金属粉末	: 100重量部
・スルホン酸Na変成塩化ビニル共重合体	: 10重量部
・スルホン酸Na変成ポリウレタン	: 10重量部
・ポリイソシアネート	: 5重量部
・ステアリン酸	: 1.5重量部
・オレイン酸	: 1重量部
・カーボンブラック	: 1重量部
・アルミナ	: 10重量部
・メチルエチルケトン	: 75重量部
・シクロヘキサノン	: 75重量部
・トルエン	: 75重量部

(非磁性下層の組成)

・酸化チタン	: 100重量部
・カーボンブラック	: 10重量部
・スルホン酸Na変成塩化ビニル共重合体	: 10重量部
・スルホン酸Na変成ポリウレタン	: 10重量部
・メチルエチルケトン	: 30重量部
・トルエン	: 30重量部

(バックコートの組成)

・カーボンブラック(平均粒径20nm)	: 95重量部
・カーボンブラック(平均粒径280nm)	: 5重量部
・ α アルミナ	: 0.1重量部
・酸化亜鉛	: 0.3重量部
・スルホン酸Na変成ポリウレタン	: 20重量部
・スルホン酸Na変成塩化ビニル共重合体	: 30重量部
・シクロヘキサノン	: 200重量部
・メチルエチルケトン	: 300重量部
・トルエン	: 100重量部

【0048】(12) 走行性

1/2インチにスリットしたテープをDLTカセットにローディングし、DLTのドライブに装填し、全長の再生、巻き戻しを100回繰り返した後、目視で折れシワやテープ伸びが生じていないかを確認する。カセット100巻についてこれらのトラブルの発生した巻数の全数に対する百分率を不良率とした。

【0049】

【実施例】本発明を実施例に基づいて説明する。

【0050】実施例1

ポリエステルAとして、エステル交換触媒を酢酸マグネシウム0.1重量%、重合触媒を酸化ゲルマニウム0.03重量%、熱安定剤をジメチルフェニルホスホネート0.35重量%として実質的に粒子を含有しない結晶化指数50℃のポリエチレンテレフタレート(PET)を製造した。結晶化指数の調節は、固有粘度を変更して行なった。

ィングし、記録波長0.5 μ mにおける出力の値を求めた(測定にあたっては、実施例8の値を0dBとし、それに対する相対値で示した)。

【0047】

【0051】また、ポリエステルBとして、公知の方法で固有粘度0.65の結晶化指数75℃のPET、結晶化指数100℃のPENを作った。

【0052】これらのポリマをそれぞれ180℃で3時間減圧乾燥(3Torr)し、積層部(ポリエステルA)、基層部(ポリエステルB)として、それぞれを2台の押出機に供給し290℃で熔融し、これらのポリマを、3層用の矩形の合流ブロック(フィードブロック)で合流積層し、静電印加キャスト法を用いてシート状に押し出し、表面温度を変更したキャストロール上で冷却固化し、A/B/A構成で、吐出量の変更で、A層の積層厚さが6 μ mとなるような3層構造の未延伸フィルムを作った。

【0053】このフィルムをシリコンゴムを肉厚1.0mmで巻いたロールで構成されるロール熱処理機で、延伸前に熱処理を行い、処理温度を140℃の範囲で5秒間熱処理した。

【0054】これらの未延伸フィルムを温度115℃にて長手方向に2.0倍延伸し、さらに、100℃にて1.7倍延伸した。この延伸は2組のロールの周速差で行なった。この一軸延伸フィルムをステンタを用いて延伸速度5000%/分、温度100℃で、幅方向に3.6倍延伸し、幅方向に弛緩させつつ、150℃にて2秒間熱処理した。この時、実施例6は弛緩させないで熱処理した。

【0055】さらに長手方向に、2組のロールの周速差を利用して、1.6倍延伸し、200℃で1秒間熱処理して、厚さの異なる二軸配向ポリエステルフィルムを得た。

【0056】実施例2

実施例1において、延伸前の熱処理温度を150℃とした他は全て実施例1と同様に製膜を行った。

【0057】実施例3

実施例1において、層構成をB/Aの2層構成（B層表面を磁性層を設ける面とした）とした他は全て実施例1と同様にしてフィルムを作成した。

【0058】実施例4

実施例3において、延伸前の熱処理温度を120℃とした他は全て実施例3と同様にしてフィルムを作成した。

【0059】実施例5

実施例4において、ポリエステルBに平均粒径0.1 μ mの球形シリカを0.1重量%含有せしめた他は全て実施例4と同様にしてフィルムを作成した。

【0060】実施例6

実施例1において、ポリエステルBに固有粘度0.65、結晶化指数100℃のPENを用い、延伸温度160℃にて長手方向に2.5倍延伸し、さらに、140℃にて2.0倍延伸した。この延伸は2組のロールの周速差で行なった。この一軸延伸フィルムをステンタを用いて延伸速度5000%/分、温度150℃で、幅方向に4.0倍延伸し、幅方向に弛緩させつつ、230℃にて2秒間熱処理した（再縦延伸は行わなかった）。これ以外の条件は全て実施例と同様にしてフィルムを作成した。

【0061】実施例7

実施例2において、ポリエステルAとして、エステル交換触媒を酢酸マグネシウム0.1重量%、重合触媒を酸

化ゲルマニウム0.03重量%、熱安定剤をジメチルフェニルホスホネート0.35重量%とし、共重合成分として数平均分子量4000のポリエチレングリコールを5.0重量%用いた実質的に粒子を含有しない結晶化指数42℃の共重合ポリエチレンテレフタレートを用いた他は全て実施例2と同様にしてフィルムを作成した。

【0062】実施例8

実施例1において、ポリエステルAに平均粒径0.2 μ mの球形シリカを0.3重量%添加した以外は他は全て実施例1と同様にしてフィルムを作成した。

【0063】実施例9

実施例7において、延伸前の熱処理温度を140℃とした以外は全て実施例7と同様にしてフィルムを作成した。

【0064】比較例1

実施例1において延伸前の熱処理温度を110℃とし、長手方向1段目延伸温度を100℃延伸倍率を3.3倍、幅方向の延伸温度を100℃、延伸倍率3.0倍、延伸速度4000%/分とした他は全て実施例1と同様にしてフィルムを作成した。

【0065】比較例2

実施例1において、ポリエステルAに平均粒径0.2 μ mの球形シリカを0.5重量%添加した以外は他は全て実施例1と同様にしてフィルムを作成した。

【0066】比較例3

実施例2において、ポリエステルAとして、エステル交換触媒を酢酸マグネシウム0.1重量%、重合触媒を酸化ゲルマニウム0.03重量%、熱安定剤をジメチルフェニルホスホネート0.35重量%とし、共重合成分として数平均分子量4000のポリエチレングリコールを5.0重量%用い、平均粒径0.2 μ mの球形シリカを0.1重量%添加した結晶化指数40℃の共重合ポリエチレンテレフタレートを用い、延伸前熱処理温度を165℃とした他は全て実施例2と同様にしてフィルムを作成した。

【0067】ここで各実験例の製法ポイントをまとめておく。

【0068】

【表1】

	層構成	B層ポリマー	積層厚み (A層厚み) (μm)	延伸前 熱処理温度 ($^{\circ}\text{C}$)	備考
実施例1	A/B/A	PET	0.05	140	
実施例2	A/B/A	PET	0.1	130	
実施例3	B/A	PET	0.1	140	
実施例4	B/A	PET	0.1	120	
実施例5	B/A	PET	0.1	140	球形シリカ添加(B層)
実施例6	A/B/A	PEN	0.1	160	
実施例7	A/B/A	PET	0.5	130	PEG(分子量4000)10%共重合(A層)
実施例8	A/B/A	PET	0.1	140	球形シリカ添加(B層)
実施例9	A/B/A	PET	0.5	140	PEG(分子量4000)10%共重合(A層)
比較例1	A/B/A	PET	0.1	110	
比較例2	A/B/A	PET	0.1	140	球形シリカ添加(A層)
比較例3	A/B/A	PET	1.0	165	PEG(分子量4000)10%共重合および 球形シリカ添加(A層)

【0069】これらのフィルムの表面性状は表2に示した通りであり、本発明の要件を満足する場合は出力特性、走行性、巻姿、ともに優れたフィルムが得られるが、そうでない場合は出力特性、走行性、巻姿ともに満

足するフィルムは得られないことがわかる。

【0070】

【表2】

	表面粗さ Ra (nm)	Ra/Rt	表面 ウネリ 指数	粗大突起数 (個/mm ²)		出力特性 (db)	走行性	巻姿	耐削れ性	長手方向 ヤング率 (GPa)
				500mm以上	200mm以上					
実施例1	9	5.3	5	0	0.4	+1.7	0	○	優	6.1
実施例2	2	3.1	4	0	0.1	+1.9	0	○	優	6.5
実施例3	2.2	4.5	2.5	0	0.3	+1.9	0	○	優	6.3
実施例4	2.5	5.6	8	0.1	0.5	+1.5	2	○	優	6.2
実施例5	2.1	8.2	13	0	0.1	+0.5	0	○	良	6.2
実施例6	1.3	3.5	2.4	0	0.3	+1.8	1	○	優	7.5
実施例7	8.5	6.7	10	1.2	4	+0.5	2	○	優	6.5
実施例8	6	11	17	2.0	7	0	2	○	優	7.1
実施例9	12	6.8	10	1.5	5	0	2	○	優	6.5
比較例1	1.5	4.5	1.8	1.1	2	+1.5	12	×	不良	5.4
比較例2	9	15	25	15	85	-1.0	20	○	良	6.5
比較例3	18	9.5	20	25	150	-1.5	5	○	良	6.5

【0071】

【発明の効果】本発明は、フィルム表面の粗さ、表面ウネリを所定の範囲におさめ、粗大突起を極力低減したので、デジタル記録型の磁気記録媒体などの支持体フィルムに必要な出力特性、走行性、巻姿を合わせ持ったポリエステルフィルムが完成できたものである。本発明は

フィルムはメタル塗布型磁気媒体、たとえば、8ミリビデオテープ、放送局用ビデオテープ、高性能オーディオテープ、デジタルビデオ・オーディオテープ、高密度フロッピーディスク、コンピュータテープになど有用である。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

識別記号

F I

B29L 9:00

C08L 67:00